

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-45914

(43)公開日 平成5年(1993)2月26日

(51)Int.Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 3 G 5/06	3 7 1	8305-2H		
C 0 9 B 47/04		8619-4H		

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平3-229688

(22)出願日 平成3年(1991)8月16日

(71)出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社
東京都港区赤坂三丁目3番5号

(72)発明者 額田 克己

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社竹松事業所内

(72)発明者 今井 彰

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社竹松事業所内

(72)発明者 大門 克己

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
ックス株式会社竹松事業所内

(74)代理人 弁理士 渡部 剛

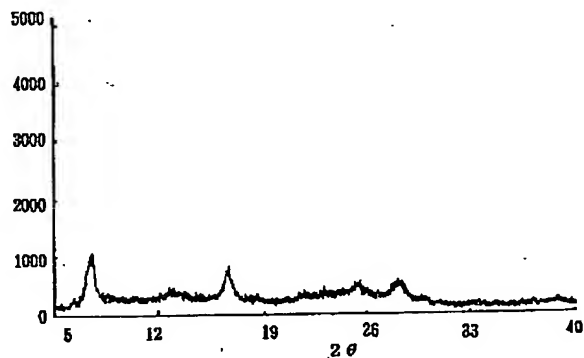
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとの混合結晶および
それを用いた電子写真感光体

(57)【要約】

【目的】 ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとからなる混合結晶、およびそれを用いた繰り返し安定性、環境安定性に優れた高感度の電子写真感光体を提供する。

【構成】 ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとからなることを特徴とするフタロシアニン混合結晶であって、好ましいものとして、X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角 ($2\theta \pm 0.2^\circ$) = 7.0° 、 7.4° 、 17.4° 、 23.7° および 27.0° に強い回折ピークを有するもの、および、 7.4° 、 16.7° 、 25.4° および 28.1° に強い回折ピークを有するものがあげられる。これらのフタロシアニン混合結晶は、電子写真感光体の感光層における電荷発生材料として有用である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとからなることを特徴とするフタロシアニン混合結晶。

【請求項2】 X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角($2\theta \pm 0.2^\circ$) = 7.0° 、 7.4° 、 17.4° 、 23.7° および 27.0° に強い回折ピークを有することを特徴とする請求項1記載のフタロシアニン混合結晶。

【請求項3】 X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角($2\theta \pm 0.2^\circ$) = 7.4° 、 16.7° 、 25.4° および 28.1° に強い回折ピークを有することを特徴とする請求項1項記載のフタロシアニン混合結晶。

【請求項4】 ハロゲン化インジウムフタロシアニンおよびハロゲン化ガリウムフタロシアニンにおけるハロゲンが塩素原子である請求項1～3のいずれかに記載のフタロシアニン混合結晶。

【請求項5】 導電性支持体上に、請求項1～4のいずれかに記載のフタロシアニン混合結晶を含有する感光層を有することを特徴とする電子写真感光体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとの混合結晶、およびそれを用いた電子写真感光体に関する。

【0002】

【従来の技術】近赤外に感度をもつ電子写真感光体の電荷発生材としては、スクアリリウム顔料、ビスアゾ顔料、トリスアゾ顔料、フタロシアニン顔料などが知られているが、これらのうち、フタロシアニンが特に高い感度を示すことから、近年特に注目されており、種々の提案がなされている。たとえば、特開昭59-155851号公報には、 β -相のクロロインジウムフタロシアニンが記載され、特開昭60-59355号公報にも、特定の結晶型のクロロインジウムフタロシアニンが電子写真感光体の電荷発生材として有効であることが報告されている。また、特開平1-221459号公報には、特定の結晶型を有するガリウムフタロシアニンが、電子写真感光体の電荷発生材として有効であることが記載されている。一方、特開平2-170166号および特開平2-280169号公報には、2種以上のフタロシアニンの混合結晶、あるいは、単純混合したものを電子写真感光体の電荷発生材として用いることが開示されている。しかしながら、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとの混合結晶については何等報告されていない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記種々のフタロシアニンおよび混合結晶は、電荷発生材として有用なもので

あるが、未だ十分なものではない。例えば、特開昭59-155851号公報に記載の β -相のクロロインジウムフタロシアニンは、非常に高感度ではあるが、暗減衰、繰り返し安定性、塗布溶液中での結晶型の安定性、分散性等に問題がある。従来、この問題を解決する方法として、少量の置換フタロシアニンを混合する方法（たとえば、特開平3-9962号、特公昭55-27583号、特公昭54-44684号公報等）が知られているが、添加する置換フタロシアニンは無置換フタロシアニンと結晶型が著しく異なり、混合することにより電子写真特性が低下してしまう等、新たな問題が生じる。

【0004】したがって、本発明の目的は、繰り返し安定性、環境安定性に優れた高感度の電子写真感光体を作製するのに適したクロロインジウムフタロシアニンを含む混合結晶を提供することにある。本発明の他の目的は、繰り返し安定性、環境安定性に優れた高感度の電子写真感光体を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、これらの問題を解決し、電子写真特性、生産性に優れた電子写真感光体を開発すべく、種々のフタロシアニンの結晶型について検討した結果、ハロゲン化インジウムフタロシアニンがハロゲン化ガリウムフタロシアニンと非常に類似した結晶型を有していることを見いだした。さらに、これ等のフタロシアニン類は、それ等が類似した結晶型を有しているために混合結晶が形成できること、そしてその混合結晶は、結晶型の安定性、分散性が優れ、高感度が要求される電子写真感光体の電荷発生材として、非常に適していることを見だし、本発明を完成するに至った。

【0006】本発明のフタロシアニン混合結晶は、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとからなることを特徴とする。

【0007】以下、本発明について詳細に説明する。本発明において、ハロゲン化インジウムフタロシアニンおよびハロゲン化ガリウムフタロシアニンにおけるハロゲンとしては、塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子等があげられるが、クロロインジウムフタロシアニンおよびクロロガリウムフタロシアニンが好ましい。また、本発明のフタロシアニン混合結晶において、好ましいものとしては、X線回折スペクトルにおいて、ブラッグ角($2\theta \pm 0.2^\circ$) = 7.0° 、 7.4° 、 17.4° 、 23.7° および 27.0° に強い回折ピークを有するもの、および、ブラッグ角($2\theta \pm 0.2^\circ$) = 7.4° 、 16.7° 、 25.4° および 28.1° に強い回折ピークを有するものをあげることができる。

【0008】本発明の上記フタロシアニン混合結晶は、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンをを用いて作製される。ハロゲン化インジウムフタロシアニンは、公知の方法、例えば、トリ

ハロゲン化インジウムとフタロニトリル又はジイミノイソインドリンとを適当な有機溶媒中で反応させる方法等によって合成することができる。また、ハロゲン化ガリウムフタロシアンニンも、公知の方法、例えば、トリハロゲン化ガリウムとフタロニトリル又はジイミノイソインドリンとを適当な有機溶媒中で反応させる方法等によって合成することができる。

【0009】本発明におけるハロゲン化インジウムフタロシアンニンとハロゲン化ガリウムフタロシアンニンとの混合結晶は、ハロゲン化インジウムフタロシアンニンとハロゲン化ガリウムフタロシアンニンを適当な比率で混合し、ボールミル、サンドミル、ニーダー、乳鉢等を用いて乾式粉碎あるいはソルトミリング等のミリング処理を行い、明確なX線回折ピークを示さなくなるまで粉碎するか、或いは、それぞれのフタロシアンニンを単独で非晶化したのち混合し、塩化メチレン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素類、トルエン、ベンゼン、クロロベンゼン等の芳香族炭化水素類、メタノール、エタノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル等の酢酸エステル類、ヘキサン、オクタン等の脂肪族炭化水素類、エーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン（THF）等のエーテル類、あるいは、これら有機溶剤の混合溶剤、あるいは、これら有機溶剤と水との混合溶剤等を用いて処理することにより得られる。非晶化処理の前にあらかじめジメチルホルムアミド（DMF）、N-メチルピロリドン（NMP）、THF、塩化メチレン、スルホラン等の溶剤中で、ハロゲン化インジウムフタロシアンニンとハロゲン化ガリウムフタロシアンニンをなじませておくことも有効である。また、溶剤に用いる溶剂量、処理時間には、特に制限はなく、ボールミル、サンドミル等を用いてミリングしながら処理することも効果的である。

【0010】本発明のフタロシアンニン混合結晶は、電子写真用の電荷発生材として有用であり、繰り返し安定性、環境安定性の優れた電子写真感光体を得ることができる。次に本発明のハロゲン化インジウムフタロシアンニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアンニン混合結晶を用いた電子感光体の構成例を、図13、14を参照して説明する。

【0011】図13及び図14は、本発明の電子写真感光体の層構成を示す模式図である。図13（a）～（d）は、感光層が積層型構成を有する例であって、（a）においては、導電性支持体1上に電荷発生層2が形成され、その上に電荷輸送層3が設けられており、（b）においては、導電性支持体1上に電荷輸送層3が設けられ、その上に電荷発生層2が設けられている。また、（c）および（d）においては、導電性支持体1上に下引き層4が設けられている。また図14は、感光層が単層構造を有する例であって、（a）においては、導電性支持体1上に光導電層5が設けられており、（b）

においては、導電性支持体1上に下引き層4が設けられている。

【0012】本発明の電子写真感光体が、図13に記載のごとき積層型構成を有する場合において、電荷発生層は、上記ハロゲン化インジウムフタロシアンニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアンニン混合結晶及び結着樹脂から構成される。結着樹脂は、広範な絶縁性樹脂から選択することができ、また、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリビニルピレン等の有機光導電性ポリマーから選択することもできる。好ましい結着樹脂としては、ポリビニルブチラール、ポリアリレート（ビスフェノールAとフタル酸の重縮合体等）、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド、ポリアミド、ポリビニルピリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン等の絶縁性樹脂をあげることができる。

【0013】電荷発生層は、上記結着樹脂を有機溶剤に溶解した溶液に、上記ハロゲン化インジウムフタロシアンニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアンニン混合結晶を分散させて塗布液を調製し、それを導電性支持体の上に塗布することによって形成することができる。その場合、使用するハロゲン化インジウムフタロシアンニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアンニン混合結晶と結着樹脂との配合比（重量）は、40：1～1：10、好ましくは、10：1～1：4である。ハロゲン化インジウムフタロシアンニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアンニン混合結晶の比率が高すぎる場合には、塗布液の安定性が低下し、低すぎる場合には、感度が低下するので、上記範囲に設定するのが好ましい。使用する溶剤としては、下層を溶解しないものから選択するのが好ましい。具体的な有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類、N、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテル等のエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレン等の脂肪族ハロゲン化炭化水素、ベンゼン、トルエン、キシレン、リグロイン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼン等の芳香族炭化水素等を用いることができる。塗布液の塗布は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ビードコーティング法、ワイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法等のコーティング法を用いることができる。また乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、50～

200℃の温度で5分～2時間の範囲で静止または送風下で行うことができる。また、電荷発生層の膜厚は、通常、0.05～5μm程度になるように塗布される。

【0014】電荷輸送層は、電荷輸送材料および結着樹脂より構成される。電荷輸送材料としては、例えばアントラセン、ビレン、フェナントレン等の多環芳香族化合物、インドール、カルバゾール、イミダゾール等の含窒素複素環を有する化合物、ピラゾリン化合物、ヒドラゾン化合物、トリフェニルメタン化合物、トリフェニルアミン化合物、エナミン化合物、スチルベン化合物等、公知のものならば如何なるものでも使用することができる。さらにまた、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ハロゲン化ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセン、ポリ-N-ビニルフェニルアントラセン、ポリビニルビレン、ポリビニルアクリジン、ポリビニルアセナフチレン、ポリグリシジルカルバゾール、ビレンホルムアルデヒド樹脂、エチルカルバゾールホルムアルデヒド樹脂等の光導電性ポリマーがあげられ、これ等はそれぞれ自体で層を形成してもよい。また、結着樹脂としては、上記した電荷発生層に使用されるものと同様な絶縁性樹脂が使用できる。電荷輸送層は、上記電荷輸送材料と結着樹脂及び上記と同様な下層を溶解しない有機溶剤とを用いて塗布液を調製した後、同様に塗布して形成することができる。電荷輸送材料と結着樹脂との配合比（重量）は、通常5：1～1：5の範囲で設定される。また、電荷輸送層の膜厚は、通常5～50μm程度に設定される。

【0015】電子写真感光体が、図14に記載のごとき単層構造を有する場合においては、感光層は上記のハロゲン化インジウムフタロシアニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアニン混合結晶が電荷輸送材料および結着樹脂よりなる層に分散され構成を有する光導電層よりなる。その場合、電荷輸送材料と結着樹脂との配合比（重量）は、1：20～5：1、ハロゲン化インジウムフタロシアニン-ハロゲン化ガリウムフタロシアニン混合結晶と電荷輸送材料との配合比（重量）は、1：10～10：1程度に設定するのが好ましい。電荷輸送材料および結着樹脂は、上記と同様なものが使用され、上記と同様にして光導電層が形成される。

【0016】導電性支持体としては、電子写真感光体として使用することが公知のものならば、如何なるものでも使用することができる。本発明において、導電性支持体上に下引き層が設けられてもよい。下引き層は、導電性支持体からの不必要な電荷の注入を阻止するために有効であり、感光層の帯電性を高める作用がある。さらに感光層と、導電性支持体との密着性を高める作用もある。下引き層を構成する材料としては、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリビニルピリジン、

セルロースエーテル類、セルロースエステル類、ポリアミド、ポリウレタン、カゼイン、ゼラチン、ポリグルタミン酸、澱粉、スターチアセテート、アミノ澱粉、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ジルコニウムキレート化合物、ジルコニウムアルコキシド化合物、有機ジルコニウム化合物、チタニルキレート化合物、チタニルアルコキシド化合物、有機チタニル化合物、チタンカップリング剤等があげられる。下引き層の膜厚は、0.05～2μm程度に設定するのが好ましい。

【0017】

【実施例】

合成例1

1, 3-ジイミノイソインドリン30部および三塩化インジウム12, 3部をキノリン230部に入れ、窒素気流下200℃において5時間反応させた後、生成物をろ過し、アセトン、メタノールで洗浄した後、乾燥して、クロロインジウムフタロシアニン結晶16, 2部を得た。得られたクロロインジウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図を図1に示す。

【0018】合成例2

1, 3-ジイミノイソインドリン30部および三塩化ガリウム9, 1部をキノリン230部に入れ、窒素気流下200℃において3時間反応させた後、生成物をろ過し、アセトン、メタノールで洗浄した後、乾燥して、クロロガリウムフタロシアニン結晶28部を得た。得られたクロロガリウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図を図2に示す。

【0019】実施例1

合成例1で得たクロロインジウムフタロシアニン結晶5部と、合成例2で得たクロロガリウムフタロシアニン結晶5部とを混合し、自動乳鉢（ヤマト科学製、LABO-MILL-UT-21）を用いて10時間粉碎した。粉碎後の粉末X線回折図を図3に示す。

【0020】実施例2

実施例1で得た混合結晶0, 5部を塩化メチレン15ml, 1mmφのガラスビーズ30gとともに容積100mlのガラス容器に入れ、150rpmで24時間ミリングした後、結晶をろ過し、乾燥して0, 4部のクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶を得た。得られた混合結晶の粉末X線回折図を図4に示す。

【0021】実施例3～8

処理溶剤として、表1に示す溶剤を用いた以外は、実施例2と同様にして溶剤処理を行った。得られた混合結晶の粉末X線回折図を図5に示す。

【0022】

【表1】

実施例	用いた溶剤	粉末X線回折図
実施例3	モノクロロベンゼン	図5
実施例4	THF	図5と同様
実施例5	メチルエチルケトン	図5と同様
実施例6	エチレングリコール	図5と同様
実施例7	DMF	図5と同様
実施例8	水/モノクロロベンゼン=1/14	図5と同様

【0023】比較例1

合成例1で得たクロロインジウムフタロシアニン結晶10部を用いた以外は、実施例1と同様にして粉碎処理を行った。粉碎後の粉末X線回折図を図6に示す。

【0024】比較例2

合成例2で得たクロロガリウムフタロシアニン結晶10部を用いた以外は、実施例1と同様にして粉碎処理を行*

った。粉碎後の粉末X線回折図を図7に示す。

【0025】比較例3～8

処理する結晶、溶剤の組合せを表2に示す組合せとした以外は、実施例2と同様にして溶剤処理を行った。溶剤処理後の粉末X線回折図を図8～12に示す。

【0026】

【表2】

比較例	用いた結晶	用いた溶剤	粉末X線回折図
比較例3	比較例1	塩化メチレン	図8
比較例4	比較例1	モノクロロベンゼン	図8と同様
比較例5	比較例1	エチレングリコール	図9
比較例6	比較例2	塩化メチレン	図10
比較例7	比較例2	エチレングリコール	図11
比較例8	比較例2	水/モノクロロベンゼン=1/4	図12

【0027】実施例9

アルミニウムメッキ板上に、有機ジルコニウム化合物（商品名；オルガチックスZC540、松本製薬（株）製）10部、シランカップリング剤（商品名；A1110、日本ユニカー（株）製）2部、イソプロピルアルコール30部、n-ブタノール30部からなる塗布液を用いて浸漬コーティング法で塗布し、150℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.1μmの下引き層を形成した。次に、この下引き層上に実施例2で得たクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶0.1部をポリビニルブチラル（商品名；エスレックBM-S、積水化学（株）製）0.1部及びシクロヘキサノン10部と混合し、ガラスビーズと共にベ

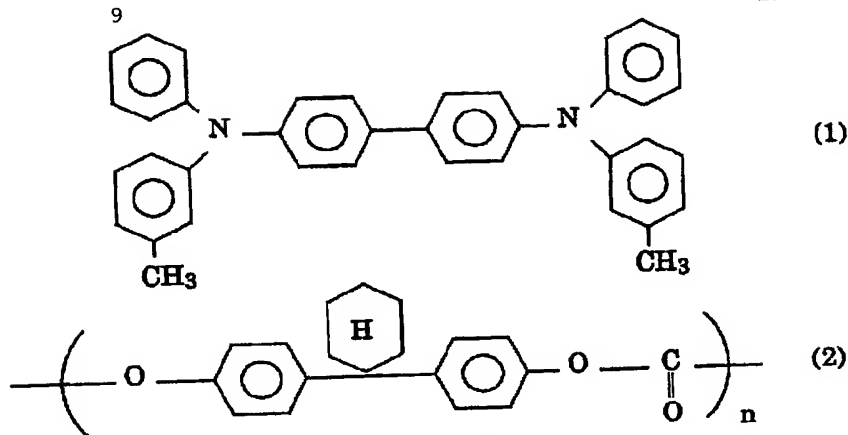
イントシェーカーで1時間処理して分散した後、得られた塗布液を浸漬コーティング法で塗布し、100℃において5分間加熱乾燥し、膜厚0.2μmの電荷発生層を形成した。次に、下記化合物（1）1部と下記構造式（2）で示されるポリ（4、4-シクロヘキシリデンジフェニレンカーボネート）1部を、モノクロロベンゼン8部に溶解し、得られた塗布液を、電荷発生層が形成されたアルミニウム基板上に浸漬コーティング法で塗布し、120℃において1時間加熱乾燥し、膜厚15μmの電荷輸送層を形成した。

【0028】

【化1】

(6)

10



【0029】得られた電子写真感光体を、常温常湿（20℃、40%RH）、の環境下で、フラットプレートスキャナーを用いて、次の測定を行った。

VDDP：-6.0KVのコロナ放電を行って負帯電させ、1秒後の表面電位。

dV/dE：バンドパスフィルターを用いて780nmに分光した光での電位の減衰率。

VRP：50erg/cm²の白色光を0.5秒照射した後の表面電位。

ΔVDDP：上記帯電、露光を1000回繰り返した後のVDDPと初期のVDDPの変動量。

ΔVRP：上記帯電、露光を1000回繰り返した後のVRPと初期のVRPの変動量。

* 結果を表3に示す。

【0030】実施例10～15

表3に示すクロロインジウムフタロシアニニクロロガリウムフタロシアニン混合結晶を用いた以外は、実施例9と同様にして電子写真感光体を形成し、評価した。結果を表3に示す。

20 【0031】比較例9～14

表3に示すフタロシアニン結晶を用いた以外は、実施例9と同様にして電子写真感光体を形成し、評価した。結果を表3に示す。

【0032】

【表3】

実施例	電荷発生材	電子写真感光体初期特性			耐久性	
		VDDP (V)	dV/dE (Vcm ² /erg)	VRP (V)	ΔVDDP (V)	ΔVRP (V)
実施例9	実施例2	-520	90	-15	20	15
実施例10	実施例3	-510	85	-20	25	15
実施例11	実施例4	-515	85	-20	25	15
実施例12	実施例5	-520	90	-15	20	10
実施例13	実施例6	-530	105	-10	15	10
実施例14	実施例7	-535	110	-10	15	10
実施例15	実施例8	-520	85	-20	25	15
比較例9	比較例3	-520	60	-30	50	15
比較例10	比較例4	-500	65	-25	50	15
比較例11	比較例5	-430	80	-20	40	10
比較例12	比較例6	-520	62	-15	25	15
比較例13	比較例7	-470	50	-18	30	20
比較例14	比較例8	-500	58	-20	30	20

【0033】

50 【発明の効果】本発明のクロロインジウムフタロシアニ

ン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶は、新規な結晶型のものであって、電子写真感光体の電荷発生材として優れたものであり、高い感度、優れた繰り返し安定性、及び低湿下での優れた環境安定性を有する電子写真感光体を作製することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 クロロインジウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図2】 クロロガリウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図3】 実施例1のクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶の粉末X線回折図。

【図4】 実施例2のクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶の粉末X線回折図。

【図5】 実施例3のクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶の粉末X線回折図。

【図6】 比較例1のクロロインジウムフタロシアニン*20

*結晶の粉末X線回折図。

【図7】 比較例2のクロロガリウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図8】 比較例3のクロロインジウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図9】 比較例5のクロロインジウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図10】 比較例6のクロロインジウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

10 【図11】 比較例7のクロロガリウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

【図12】 比較例8のクロロガリウムフタロシアニン結晶の粉末X線回折図。

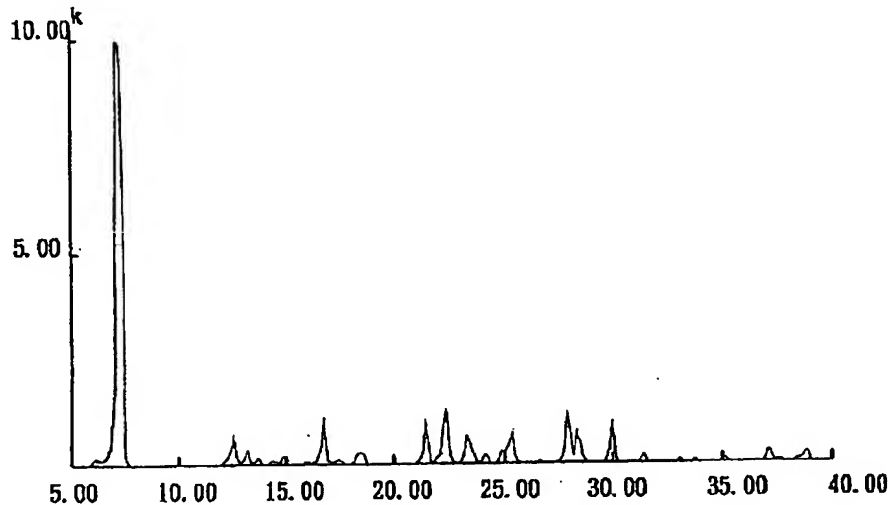
【図13】 本発明の電子写真感光体の層構成を示す構成図。

【図14】 本発明の電子写真感光体の他の層構成を示す構成図。

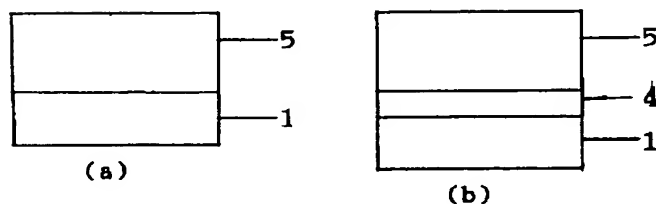
【符号の説明】

1…導電性支持体、2…電荷発生層、3…電荷輸送層、4…下引き層、5…光導電層。

【図1】



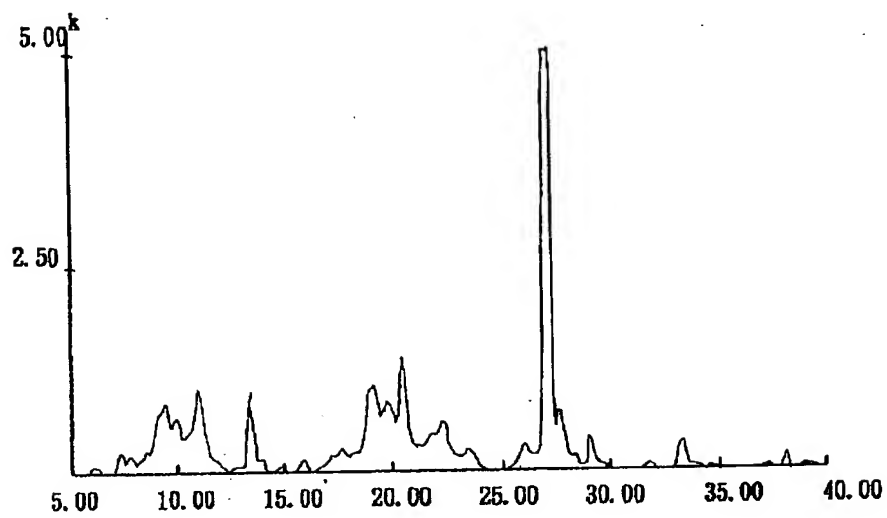
【図14】



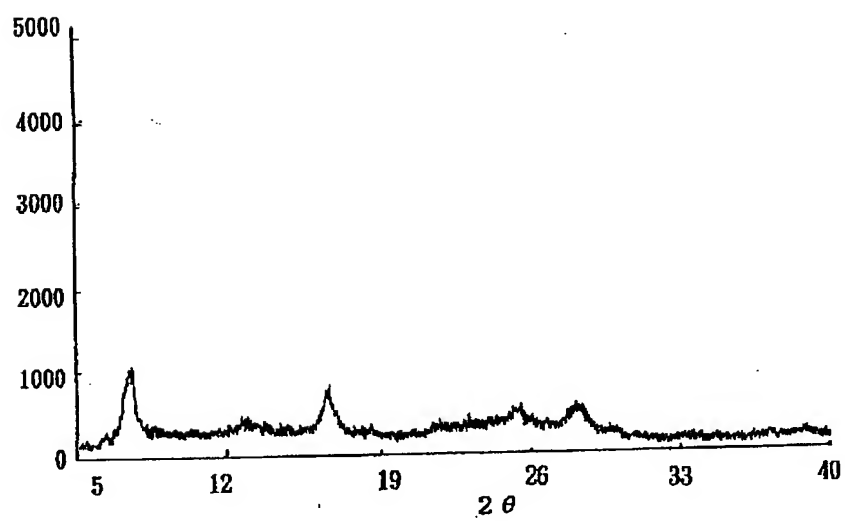
(8)

特開平5-45914

【図2】



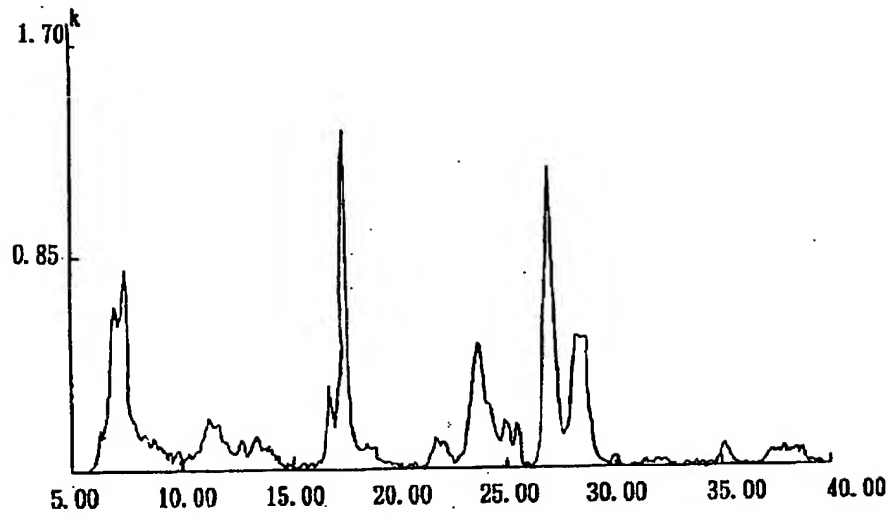
【図3】



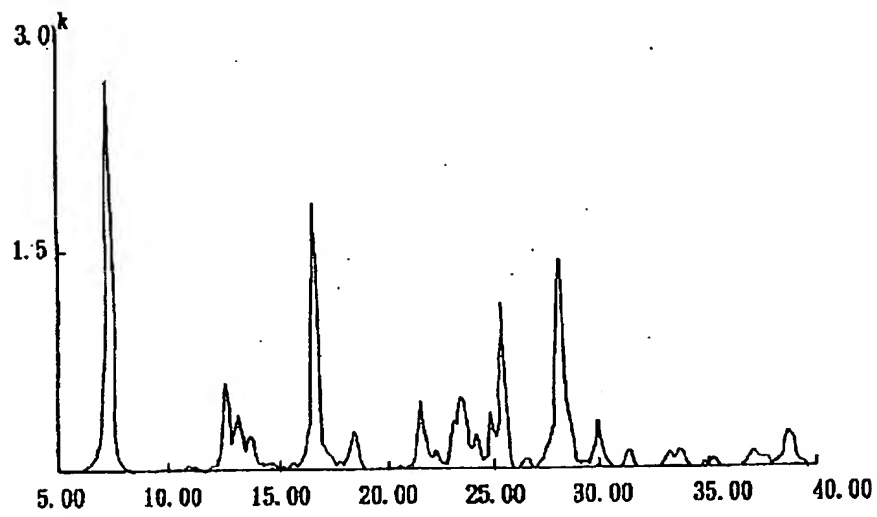
(9)

特開平5-45914

【図4】



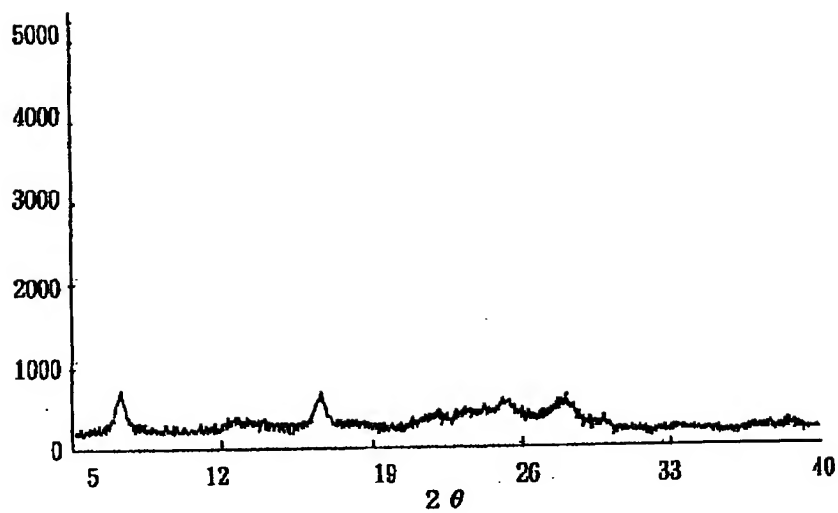
【図5】



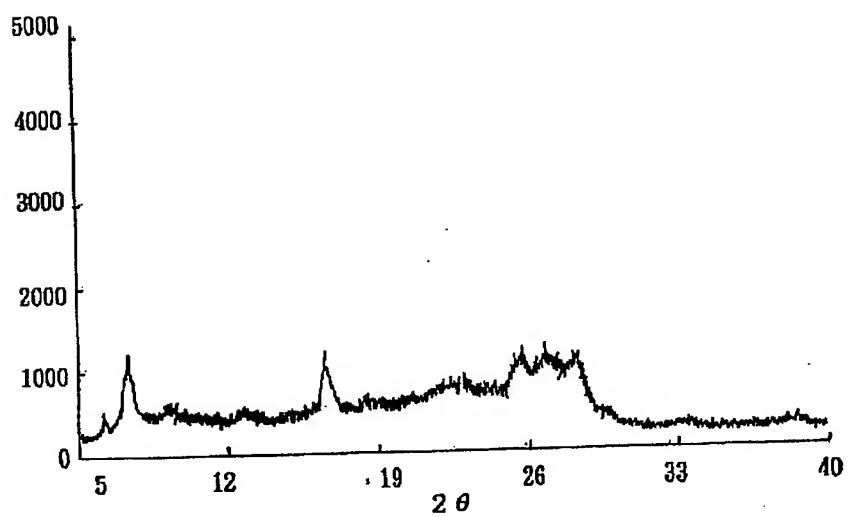
(10)

特開平5-45914

【図6】



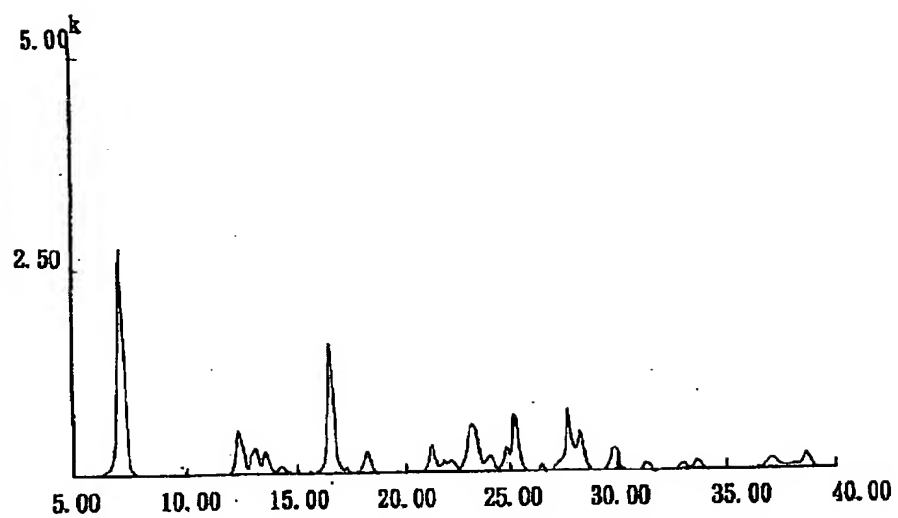
【図7】



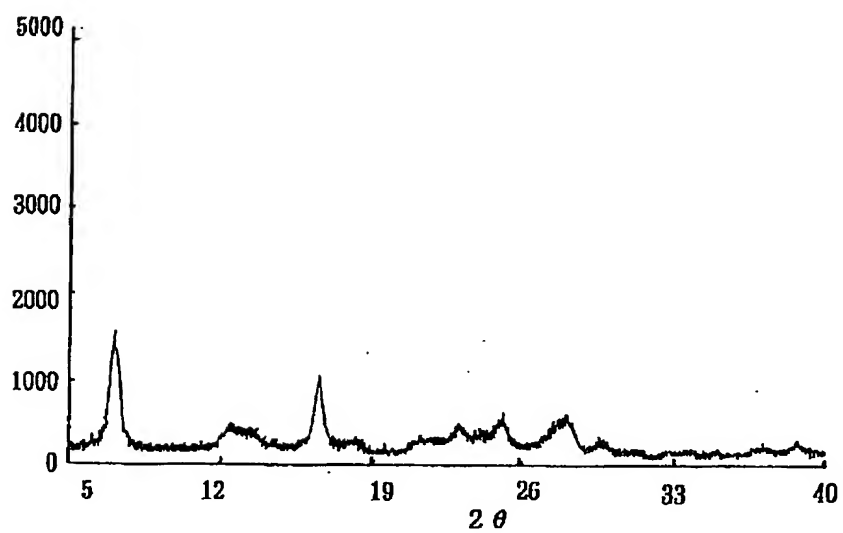
(11)

特開平5-45914

【図8】



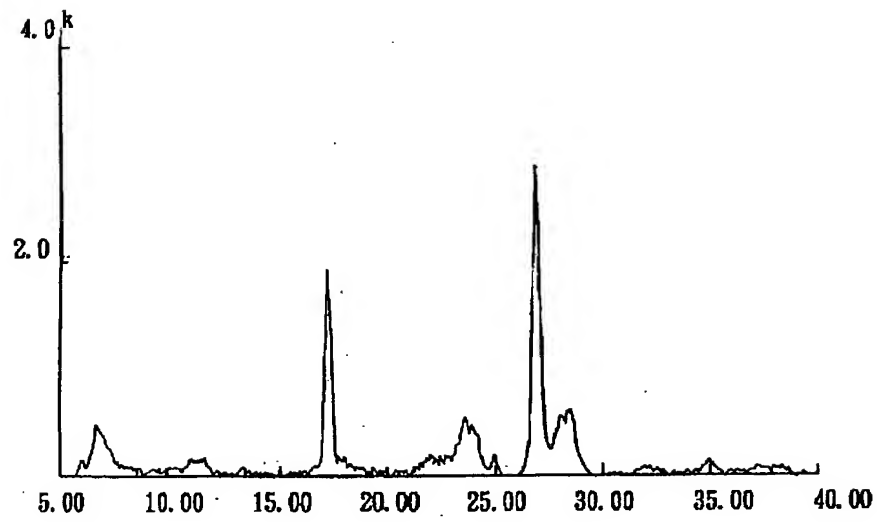
【図9】



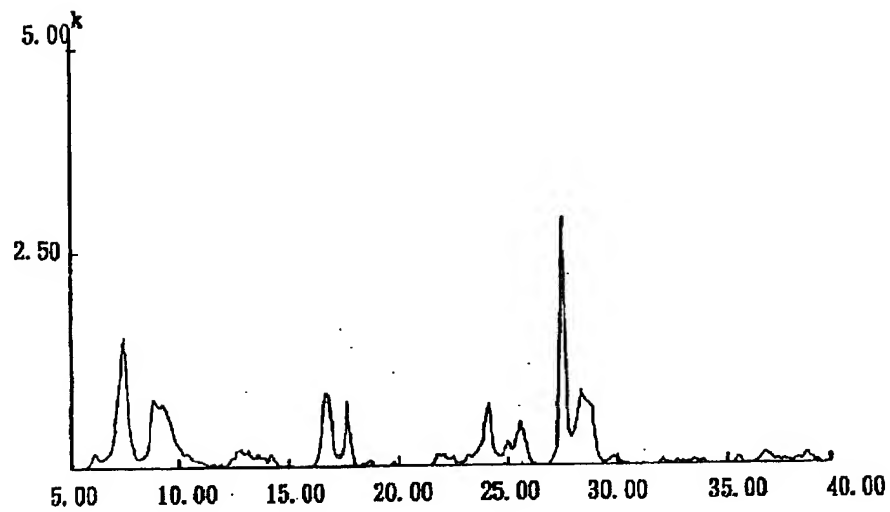
(12)

特開平5-45914

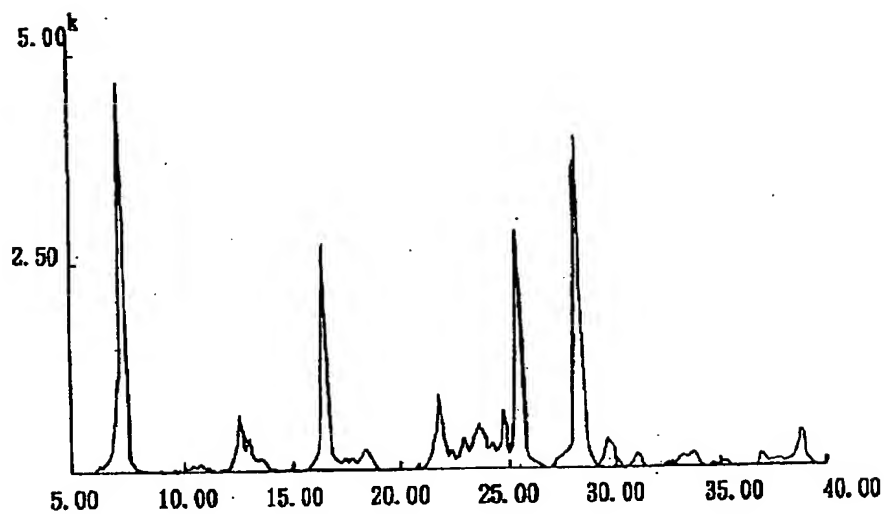
【図10】



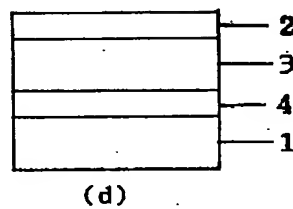
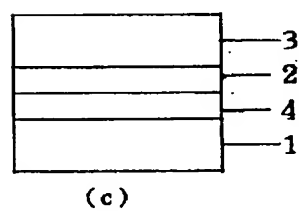
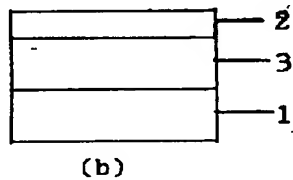
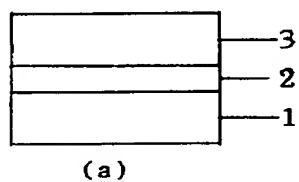
【図11】



【図12】



【図13】



フロントページの続き

(72)発明者 飯島 正和
 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロ
 ツクス株式会社竹松事業所内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
 【部門区分】第6部門第2区分
 【発行日】平成11年(1999)1月22日

【公開番号】特開平5-45914
 【公開日】平成5年(1993)2月26日
 【年通号数】公開特許公報5-460
 【出願番号】特願平3-229688
 【国際特許分類第6版】

G03G 5/06 371

C09B 47/04

【F I】

G03G 5/06 371

C09B 47/04

【手続補正書】

【提出日】平成9年8月18日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正内容】

【0009】本発明におけるハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンとの混合結晶は、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンを適当な比率で混合し、ボールミル、サンドミル、ニーダー、乳鉢等を用いて乾式粉碎あるいはソルトミリング等のミリング処理を行い、明確なX線回折ピークを示さなくなるまで粉碎するか、或いは、それぞれのフタロシアニンを単独で非晶化したのち混合し、塩化メチレン、クロロホルム等のハロゲン化炭化水素類、トルエン、ベンゼン、クロロベンゼン等の芳香族炭化水素類、メタノール、エタノール等のアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル等の酢酸エステル類、ヘキサン、オクタン等の脂肪族炭化水素類、エーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン（THF）等のエーテル類、あるいは、これら有機溶剤の混合溶剤、あるいは、

これら有機溶剤と水との混合溶剤等を用いて処理することにより得られる。非晶化処理の前にあらかじめジメチルホルムアミド（DMF）、N-メチルピロリドン（NMP）、THF、塩化メチレン、スルホラン等の溶剤中で、ハロゲン化インジウムフタロシアニンとハロゲン化ガリウムフタロシアニンをなじませておくことも有効である。また、溶剤に用いる溶剂量、処理時間には、特に制限はなく、ボールミル、サンドミル等を用いてミリングしながら処理することも効果的である。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

【0020】実施例2

実施例1で得た混合結晶0.5部を塩化メチレン15ml、1mmφのガラスビーズ30部とともに容積100mlのガラス容器に入れ、150rpmで24時間ミリングした後、結晶をろ過し、乾燥して0.4部のクロロインジウムフタロシアニン-クロロガリウムフタロシアニン混合結晶を得た。得られた混合結晶の粉末X線回折図を図4に示す。